УДК 621.762

А.Ю.КЕМ

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПЕРЕРАБОТКИ МЕЛКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ АЛЮМИНИЯ

Показано, что введение в состав порошка алюминия жидкой пленкообразующей смазки и использование теплого прессования позволяют повысить экологическую безопасность процессов порошковой металлургии алюминия путем снижения пылящей способности мелкодисперсных порошков на стадии прессования и газообразования в прессовках на стадии спекания.
Ключевые слова: *порошок алюминия, мелкодисперсный, пленкообразующие, смазки, прессование, спекание, экология*

Введение. Технологические процессы порошковой металлургии (ПМ) алюминия нашли широкое применение в радио- и электронной технике для изготовления несущих конструкций изделий, таких, например, как корпуса, фланцы, что обусловлено преимуществами ПМ перед другими методами формообразования [1-2].

Однако используемые порошки обладают высокой пылящей способностью на стадии шихтоприготовления и прессования порошковой шихты, а порошковые прессовки - высоким уровнем газообразования вследствие термической деструкции технологических смазок, ухудшающим качество среды спекания и понижающим транспортабельную способность прессовок, результатом чего является снижение эффективности использования и экологической безопасности технологических процессов порошковой металлургии, осуществляемых с участием мелкодисперсных порошков алюминия [3-5].

В этой связи целью настоящей работы является разработка и исследование способа изготовления изделий из мелкодисперсных порошков алюминия, обеспечивающего повышение экологической безопасности процесса путем снижения пылящей способности мелкодисперсных порошков алюминия и газотворной способности прессовок, при сохранении уровня транспортабельных свойств порошковых компактов.

Предварительные исследования показали, что требуемый технический результат можно получить в том случае, когда в качестве технологической смазки используются пленкообразующие растворы [6], в частности, водно-глицериновые гели очищенной натрий-карбоксиметил-целлюлозы, при этом стадия совокупной консолидации реализуется с применением схемы "теплого", в интервале давлений и скоростей прессования, обеспечивающего образование ювенильного контакта между частицами алюминия [3].

Методика работы. Приготовление водно-глицериновых гелей. Основными составляющими гелей являются связующее, растворитель и пластификатор. В качестве связующего использовали очищенную порошкообразную натрий-карбоксиметилцеллюлозу (Na-КМЦ), представляющую собой натриевую соль целлюлозогликолиевой кислоты, получаемую при

взаимодействии целлюлозы с монохлоруксусной кислотой. Na-КМЦ является простым водорастворимым эфиром целлюлозы.

Используемая очищенная Na-КМЦ (70/450 ТУ 6-55-39-90) представляет собой мелкозернистый порошок кремового цвета, имеет однородный химический и фазовый состав, содержит минимальное количество примесей, хорошо растворяется в воде при температуре окружающей среды (максимальная концентрация Na-КМЦ до 10% с полным растворением последней). Очищенная Na-КМЦ не обладает токсическими и раздражающими свойствами; не обладает кумулятивной способностью; не взрывоопасна, поскольку температура воспламенения 240^{0}С, а самовоспламенения – 560^{0}С.

В качестве растворителя использовали дистиллированную воду. Водные растворы Na-КМЦ химически устойчивы, сохраняют гомогенную структуру до 6 месяцев. Вода не горюча, не взрывоопасна, не токсична, экологически безопасна и экономически дешева.

В качестве пластификатора использовали дистиллированный глицерин (ГОСТ 6824-96). Глицерин смешивается с водой в широком интервале концентраций и температур, отличается слабой летучестью, температура воспламенения 181-217^{0}С, самовоспламенения – 362^{0}С. Экологически безопасен.

Водные 1-3%-ные растворы Na-КМЦ приготавливали при комнатной температуре путем тщательного перемешивания в стандартной мешалке в течение 0,7-1,0 ч при скорости вращения последней 350-500 мин$^{-1}$. Затем в раствор, находящийся в мешалке, вводили 1-5 г глицерина на каждые 100 г водного раствора Na-КМЦ в указанных интервалах концентраций. Раствор дополнительно перемешивали в течение 0,2-0,3 ч и получали гелеобразный водно-глицериновый раствор: пленкообразующую технологическую смазку для алюминиевых порошков.

Использование указанных количеств глицерина связано с тем, что в работе [7] экспериментально доказано, что 1-5 г глицерина на 100 г раствора Na-КМЦ, это именно тот интервал концентраций, который наилучшим образом совместим с водным 1-3%-ным раствором Na-КМЦ.

Увеличение содержания глицерина более 5 г на 100 г раствора не позволяет получить гомогенный гелеобразный раствор вследствие его расслоения. Уменьшение содержания глицерина менее 1 г на 100 г раствора понижает пластичность гелеобразного раствора.

Шихтоприготовление. В стандартный конусный смеситель загружали мелкодисперсный порошок алюминия АСД1 (ТУ48-5-226-87) и вводили 0,3-0,6 мас.% 1-3%-ного водно-глицеринового раствора Na-КМЦ. Для 1 кг порошка АСД1 это составляло 3-6 г раствора Na-КМЦ.

Перемешивание вели при комнатной температуре в течение получаса. Приготовленную таким образом порошковую шихту подвергали испытаниям на пылящую способность. Пробу порошка массой 50 г помещали в трубчатый лоток- циклон с фильтром на выходе, через который продувался воздух с массовым расходом 10 л/мин при ламинарном течении. Одновременно с началом продувки порошковая проба, находящаяся в лотке с помощью инерционного вибратора, приводилась в состояние псевдоожижения. После 15-минутного испытания фильтр с порошком взвешивали с точностью до 0,0001 г и по формуле

$$\frac{M_{ф.к} - M_{ф.н}}{M_{ф.н}} 100\% ,$$

где $M_{Ф.Н}$ и $M_{Ф.К}$ – соответственно масса фильтра до и после испытаний, определяли относительную величину потерь массы порошка.

Прессование проводили в стальной пресс-форме с диаметром формообразующей матрицы, равным 10 мм, температуру матрицы изменяли в интервале 75-95^{0}С.

Навеску порошкообразной шихты заданной массы засыпали в формообразующую полость матрицы, после чего осуществляли прессование приложением давления 350-600 МПа к верхнему и нижнему пуансонам. При этом скорость прессования варьировали в интервале (0,5 –1,5)$\cdot 10^{-3}$ м/с. Выпрессовку полученной заготовки из матрицы осуществляли приложением нагрузки к верхнему пуансону.

Определение плотности прессовок осуществляли в соответствие с ГОСТ 18898-95. Методика определения величины транспортабельной способности (способности сопротивляться разрушению на транспортных операциях технологического процесса) прессовок заключалась в следующем. В шаровую мельницу без шаров объемом один литр загружались прессовки. Масса прессовок во всех случаях не превышала 100 г. Частота вращения шаровой мельницы поддерживалась на уровне 10 мин $^{-1}$. Продолжительность вращения 0,5 ч. После выгрузки взвешивались только не разрушившиеся прессовки, после чего рассчитывали выход годных изделий в процентах.

Определяли также уровень газообразования по потере массы при нагреве до температур на 50^{0}С выше, чем соответствующая максимальная температура воспламенения, входящих в состав раствора Na- КМЦ компонентов. В данном случае это была температура 290^{0}С. Продолжительность выдержки составляла 0,7 ч.

Результаты работы и их обсуждение. Полученные экспериментальные результаты (табл.1-3) показывают, что введение в состав алюминиевого порошка 1-3%-ных водно-глицериновых гелей очищенной натрий-карбоксиметилцеллюлозы (Na-КМЦ) в количестве 0,3-0,6 мас.% инициирует протекание процесса агрегирования мелкодисперсных частиц алюминиевого порошка в гранулы, что способствует снижению пылящей способности. При этом низкая пылящая способность алюминиевой шихты, полученной предлагаемым способом, проявляется независимо от анизотропии формы частиц алюминиевого порошка.

Известно, что деформирование порошкового пористого тела необходимо связывать с перемещением частиц. Уже на начальных стадиях прессования блокированные частицы при движении вынуждены раздвигать ближайшие соседние частицы. Это вызывает возникновение в точках контакта дополнительных контактных сил и вызывает стесненное относительное движение частиц в ансамбле, происходящее в условиях внутреннего давления, пропорционального объемной доле блокированных частиц.

При относительном движении частицы теряют прежних соседей и приобретают новых, а это связано с разрушением "старых" и образованием "новых" контактов. Поэтому в точке контакта частицы имеют две составляющие относительного перемещения: касательную к поверхности

частицы и по нормали к ней. Причем ввиду жесткости частиц и малости контактных зазоров между ними основное относительное движение – движение по касательной – определяет возможность сдвига поверхностного слоя частицы с образованием ювенильной поверхности, в то же время движение по касательной обусловливает и формоизменение всей совокупности частиц.

Прессование при давлениях 350-600 МПа, со скоростью (0,5-1,5)$\cdot 10^{-3}$ м/с, обусловливает "выдавливание" излишков гелеобразной технологической смазки из внутрипорового пространства уплотняемого конгломерата частиц на образующую поверхность пресс-формы в процессе прессования. При этом 1-3%-ные водно-глицериновые гели очищенной натрий-карбоксиметилцеллюлозы (Na-КМЦ) играют роль среды, смазывающей поверхность контакта частиц порошка с формообразующей поверхностью матрицы (эффект расклинивающего давления тонкого слоя жидкости [6]). Тем самым достигается дополнительный технический эффект, заключающийся в повышении износостойкости пресс-форм для прессования мелкодисперсных порошков алюминия.

Необходимо отметить, что использование давлений ниже 350 МПа не позволяет получить высокой плотности прессовок, поскольку часть жидкой технологической смазки остается в ее порах. Более того, при последующем спекании, то есть при термической обработке прессовки, образуются газообразные продукты термической деструкции технологической смазки, давление в порах повышается, что приводит к разуплотнению прессовки в целом [8-9]. Использование давлений сверх 600 МПа при прессовании мелкодисперсных порошков алюминия приводит к так называемой "перепрессовке", что проявляется в появлении трещин и расслоений по высоте прессовок. Кроме того, повышение уровня давлений сверх указанной величины снижает долговечность пресс-форм для прессования вследствие их ускоренного разрушения.

Таблица 1

Пылящая способность порошковой шихты

Режим приготовления порошковой шихты	Относительная величина потери массы порошковой шихты, %
1. Классический	1,25
2. Исследуемые: 0,5%-ный раствор Na-КМЦ: 0,6 мас.%	 1,18
1%-ный раствор Na-КМЦ: 0,3 мас.% 0,5 мас.% 0,6 мас.%	 0,4 0,35 0,32
2%-ный раствор Na-КМЦ: 0,3 мас.% 0,5 мас.% 0,6 мас.%	 0,31 0,28 0,23
3%-ный раствор Na-КМЦ: 0,3 мас.% 0,5 мас.% 0,6 мас.%	 0,22 0,18 0,12
4%-ный раствор Na-КМЦ: 0,3 мас.%	0,10 – отмечена потеря текучести порошковой шихты, обусловленная излишней степенью агрегирования частиц

***Примечание**. Классический режим - введение в шихту твердой смазки, в количестве до 1,5 мас.%, прессование порошковой смеси в «холодную» до плотности 85-88%, деструкция смазки при 480-500°С в течение одного часа, второе прессование до плотности 95-98% от теоретически возможной, спекание.*

Таблица 2

Плотность и транспортабельная способность прессовок

Режим приготовления порошковой шихты	Плотность прессовок, %	Выход годных, %
1. Классический	17	18
2. Исследуемые:		
0,5%-ный раствор Na-КМЦ, скорость прессования 10^{-3} м/с, давление 220 МПа:		
0,6 мас.%	10	58
1%-ный раствор Na-КМЦ, скорость прессования $1{,}5 \cdot 10^{-3}$ м/с, давление 250 МПа:		
0,3 мас.%	3	87
0,5 мас.%	4	88
0,6 мас.%	3	90
2%-ный раствор Na-КМЦ, скорость прессования $0{,}5 \cdot 10^{-3}$ м/с, давление 320 МПа:		
0,3 мас.%	4	90
0,5 мас.%	3	92
0,6 мас.%	3	94
3%-ный раствор Na-КМЦ, скорость прессования $1{,}2 \cdot 10^{-3}$ м/с, давление 300 МПа:		
0,3 мас.%	4	90
0,5 мас.%	3	93
0,6 мас.%	3	92

Повышение скорости прессования сверх $1{,}5 \cdot 10^{-3}$ м/с приводит к тому, что жидкая технологическая смазка не удаляется полностью из внутренних объемов прессовки, поскольку скорость образования закрытых пор, в которых захлопывается технологическая смазка, в этом случае превышает скорость истечения смазки под действием давления, прикладываемого к прессуемому порошку алюминия.

Таблица 3

Уровень газообразования в прессовках

Режимы приготовления порошковой шихты	Потеря массы, %
1. Классический	1,2
2. Исследуемый:	
0,5%-ный раствор Na-КМЦ, скорость прессования 10^{-3} м/с, давление 220 МПа:	
0,6 мас.%	0,5
1%-ный раствор Na-КМЦ, скорость прессования $1,5 \cdot 10^{-3}$ м/с, давление 250 МПа:	
0,3 мас.%	0,10
0,5 мас.%	0,11
0,6 мас.%	0,12
2%-ный раствор Na-КМЦ, скорость прессования $0,5 \cdot 10^{-3}$ м/с, давление 320 МПа:	
0,3 мас.%	0,09
0,5 мас.%	0,10
0,6 мас.%	0,11
3%-ный раствор Na-КМЦ, скорость прессования $1,2 \cdot 10^{-3}$ м/с, давление 300 МПа:	
0,3 мас.%	0,11
0,5 мас.%	0,12
0,6 мас.%	0,125

В то же время понижение скорости прессования до уровня менее $0,5 \cdot 10^{-3}$ м/с технологически не эффективно, поскольку снижает производительность процесса в целом.

Кроме того, проведение процесса прессования в пресс-форме, температура которой поддерживается на уровне 75-95^{0}С, способствует наиболее полному удалению излишков технологической смазки, которая при этих температурах обладает наилучшей жидкотекучестью, что обусловлено понижением вязкости гелеобразного раствора Na-КМЦ, делает ненужной операцию обезгаживания. Это улучшает экологическую обстановку, поскольку резко уменьшается количество газообразных продуктов термической деструкции в атмосфере.

Следует отметить, что водно-глицериновые гели на основе Na-КМЦ экологически безопасны, поскольку срок их разложения программируется.

Оценивалась также производительность предлагаемого способа в сравнении с классическим по времени, затрачиваемому на изготовлении 1 детали (нормо-час/ деталь). При изготовлении партии из 100 деталей известным способом производительность составила 0,43 нормо-час/деталь, в то время как использование предлагаемого способа позволило достичь производительности на уровне 0,19 нормо-час/ деталь. Повышение производительности связано с исключением операций по обезгаживанию прессовок и их повторному прессованию.

При этом, если в первом случае на формообразующей поверхности пресс-формы уже после 48 циклов прессования наблюдались следы наволакивания мелкодисперсного порошка алюминия, а на образующей поверхности деталей образовывались вследствие этого задиры-царапины, то во втором случае указанные дефекты отсутствовали после прессования 100 деталей. Это свидетельствует о том, что при использовании предлагаемого способа обеспечиваются условия, способствующие повышению износостойкости формообразующих поверхностей пресс-форм для прессования мелкодисперсных порошков алюминия.

Выводы. Полученные результаты свидетельствуют о том, что применение предлагаемого способа позволяет повысить механические (транспортабельные) свойства, производительность и экологическую безопасность технологического процесса получения изделий из алюминия путем снижения пылящей способности мелкодисперсных порошков алюминия на стадии прессования и газообразования на стадии спекания.

Библиографический список

1. *Кем А.Ю.* Специальные методы порошковой металлургии для изделий электронной техники / А.Ю.Кем. – Ростов н/Д: Издательский центр ДГТУ, 2006. –153 с.

2. *Кем А.Ю.* Влияние технологической наследственности и режимов термической обработки на структуру и свойства порошковых алюминиевых сплавов/ А.Ю.Кем // Физика и химия обработки материалов. – 2006. – №5. – С.53-56.

3. *Кем А.Ю.* Технологические особенности порошковой металлургии алюминия / А.Ю.Кем // Обзоры по электронной технике. – М.: ЦНИИ "Электроника". – 1990. – Сер.7, ТОПО. – Вып.6 /1528. – 52 с.

4. А.с. SU N 1675052 A1, B 22 F 1/00, 3/12. Способ получения заготовок из мелкодисперсного порошка алюминия / А.Ю.Кем, В.И.Зеленский, В.Г.Егоров, Т.П.Болотная. – Опубл. в Б.И, 1991. – № 33.

5. *Кем А.Ю.* Влияние условий прессования на структуру и свойства порошковых алюминиевых сплавов, легированных медью и магнием /А.Ю.Кем // Порошковая металлургия. – 1992. – № 8. – С. 44-48.

6. *Зимон А.Д.* Адгезия пыли и порошков / А.Д.Зимон: изд. 2-е, перераб. и доп. – М.: Химия, 1976. – 432 с.

7. *Антонова Н.М.* Формирование структуры и свойств защитных покрытий с металлическими порошками Al, Fe, Zn и связующим натрий-карбоксиметилцеллюлоза / Н.М. Антонова: Автореф. дисс…канд.техн. наук. – ЮРГТУ (НПИ). – 2006. – 24 с.

8. *Левинский Ю.В.* Влияние газа на процесс спекания пористых тел /Ю.В.Левинский // Порошковая металлургия. –№ 7. –1979. – С. 38-42.

9. *Кем А.Ю.* Исследование и расчет особенностей разуплотнения спекаемого пористого тела на стадии удаления продуктов деструкции технологических смазок / А.Ю.Кем // Изв. вузов. Сев.-Кав. регион. Сер. Технические науки. – 2000. – № 4.– С.16-23.

Материал поступил в редакцию 28.02.08.

A.JU. KEM

TECHNOLOGICAL FEATURES OF PROCESSING OF FINE DISPERSE POWDERS OF ALUMINIUM

It is shown, that introduction in structure of a fine disperse powder of aluminium of liquid film-forming greasing and use of warm pressing allows to increase ecological safety of technological process of reception of products from

fine disperse powders of aluminium, by decrease in raising dust ability of fine disperse powders of aluminium by stages of pressing and formation of gases on stages of sintering.

КЕМ Александр Юрьевич (р.1949), доктор технических наук, профессор кафедры «Технология конструкционных материалов» ДГТУ. Окончил РИСХМ (1972). Изобретатель СССР; награжден серебряной медалью ВДНХ СССР.
Область научных интересов – процессы порошковой металлургии.
Научные публикации: 2 монографии, 13 учебных и учебно-методических пособий, более 125 научных статей и сообщений, 40 авторских свидетельств СССР и патентов РФ на изобретения.